

SINTESIS LAPISAN TiO_2 MENGGUNAKAN PREKURSOR TiCl_4 UNTUK APLIKASI KACA *SELF CLEANING* DAN *ANTI FOGGING*

Anggi Pravita R, Dahyunir Dahlan
Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas
Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163
e-mail: pra_vita@ymail.com

ABSTRAK

Lapisan TiO_2 telah disintesis pada substrat kaca menggunakan prekursor TiCl_4 , disintesis dengan metode *dip coating*, dengan variasi pencelupan sebanyak 1, 2 dan 3 kali serta pemanasan sampel pada suhu 100°C , 120°C , 150°C dan 200°C . Pola XRD menunjukkan bahwa lapisan TiO_2 yang terbentuk berfasa amorf dengan bidang hkl (101). Hasil SEM menunjukkan pencelupan substrat sebanyak satu kali menghasilkan morfologi lapisan TiO_2 yang lebih merata dibandingkan dengan tiga kali pencelupan pada pemanasan 200°C . Secara umum semua sampel menyerap sebagian cahaya UV pada kisaran panjang gelombang 300 nm-336 nm. Pengukuran sudut kontak menunjukkan bahwa sampel bersifat hidrofobik dengan sudut kontak di atas 90° . Sudut kontak cenderung bertambah besar seiring dengan peningkatan suhu pemanasan dan jumlah pencelupan, diperoleh sudut kontak maksimum sebesar 112° pada sampel dengan tiga kali pencelupan dan suhu pemanasan 200°C .

Kata kunci : Lapisan TiO_2 , UV-Vis, sudut kontak, SEM

ABSTRACT

TiO_2 film has been synthesized on the glass substrate with TiCl_4 as precursor. It has been synthesized by dip coating method, with the variations of immersion are one time, two times and three times, and heating variations are 100°C , 120°C , 150°C and 200°C . The result of XRD showed that the TiO_2 film formed the amorphous phase with hkl (101). The characterization of SEM showed that the TiO_2 film with substrate heated in 200°C with one time immersion is more homogenous than the substrate with three times immersion. All samples generally absorbed UV light from 300 nm to 336 nm wave length. The sizes of contact angles showed the hydrophobic characteristic. The contact angles increased as the raising of temperature, the highest contact angle is 112° which is found on the sample with three times immersion heated in 200°C .

Keywords : TiO_2 film, UV-Vis, contact angle, SEM

I. PENDAHULUAN

Akhir-akhir ini penggunaan material transparan pada berbagai properti semakin meningkat, material transparan ini berfungsi untuk memperindah properti dan sebagai alternatif penghematan energi karena dapat membantu pencahayaan bangunan. Penggunaan material transparan ini selain mempunyai kelebihan, juga memiliki kekurangan, misalnya terkontaminasi oleh kotoran, apabila tidak dibersihkan, kotoran-kotoran yang menempel tersebut lama kelamaan akan mengurangi pencahayaan ruangan bahkan dapat merusak permukaan material. Oleh karena itu perlu dicari alternatif lain untuk menangani masalah tersebut. Berbagai cara dilakukan untuk memodifikasi material-material tersebut untuk mempermudah pekerjaan manusia, salah satunya dengan teknologi rekayasa permukaan. Pelapisan permukaan menggunakan TiO_2 merupakan salah satu solusi untuk mengatasi permasalahan tersebut.

TiO_2 merupakan material yang bersifat fotokatalis dan fotodegradasi serta memiliki banyak keuntungan lainnya. Ukuran sudut kontak air dengan lapisan TiO_2 mengalami penurunan apabila mendapat penyinaran matahari sehingga lapisan bersifat hidrofilik (suka air) dan ukuran sudut kontak tersebut meningkat ketika tidak mendapat penyinaran lagi maka lapisan bersifat hidrofobik (anti air), sehingga material yang diberi lapisan TiO_2 akan terlihat selalu bersih dengan sendirinya (Tuti, 2006).

Penelitian lain mengenai TiO_2 juga dilakukan oleh Fitria, dkk (2009). Lapisan tipis semikonduktor TiO_2 pada substrat grafit yang dilakukan menggunakan metode penempelan dengan memanfaatkan surfaktan CTABr (*Cetyltrimethylammonium Bromida*) sebagai agen penghubung antara substrat grafit dengan material TiO_2 yang terbentuk dari hidrolisis TiCl_4

dalam kondisi asam HCl dengan pelarut air dan metanol. Hasil menunjukkan bahwa konsentrasi surfaktan berpengaruh pada morfologi pori dari lapisan tipis TiO₂.

Penelitian untuk membuat material *anti fogging* juga telah dilakukan oleh Ambarwati dan Vicky (2010) menggunakan bahan dasar Na₂(SiO₃) untuk menghasilkan lapisan material *anti fogging* dan lapisan yang dihasilkan memiliki sifat superhidrofobik, akan tetapi harga bahan dasar Na₂(SiO₃) tersebut tergolong mahal.

Pembuatan lapisan TiO₂ melalui pencampuran larutan titanium tetra-klorida (TiCl₄) dan isopropil alkohol menghasilkan permukaan lapisan TiO₂ yang bersifat hidrofobik dengan ukuran sudut kontak melebihi 100°. Semakin tinggi suhu pemanasan sampel maka morfologi lapisan TiO₂ akan semakin baik, hal tersebut juga meningkatkan sifat hidrofobisitas permukaan yang ditandai dengan semakin besarnya ukuran sudut kontak (Maulidya, 2012).

Berdasarkan informasi tersebut, maka dibuat material *self cleaning* dan *anti fogging* dari lapisan TiO₂ pada substrat kaca dengan memanfaatkan sifat hidrofobik lapisan tersebut. Lapisan TiO₂ disintesis dengan metode *dip coating*, bahan awal yang digunakan adalah larutan TiCl₄ dengan pelarut etanol karena sifat fisik larutan yang berwarna bening sehingga tidak akan merubah warna substrat setelah pelapisan.

II. METODE

Penelitian tentang sintesis TiO₂ dengan menggunakan prekursor TiCl₄ dilaksanakan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika, FMIPA Unand, sedangkan untuk karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Komputasi Jurusan Kimia FMIPA Unand (karakterisasi UV-Vis) digunakan spektrofotometer UV-Vis merek Thermo Scientific dan untuk karakterisasi SEM dan XRD dilakukan Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember menggunakan XRD jenis PANalytical. Teknik penelitian yang digunakan adalah metode eksperimental dengan beberapa tahapan, diantaranya:

2.1 Preparasi Sampel

Persiapan yang dibutuhkan untuk mengawali penelitian diantaranya adalah mencuci substrat agar bersih dari semua kotoran organik seperti minyak/lemak menggunakan etanol 96%, peralatan penelitian seperti *beaker glass*, batang pengaduk dan pipet tetes dicuci dengan aquades, kemudian dikeringkan.

2.2 Pembuatan Larutan

Untuk menghasilkan lapisan TiO₂ pada substrat, dibuat larutan dari campuran TiCl₄ 99% (prekursor) dan etanol 96% (pelarut) dengan rasio perbandingan volum prekursor : pelarut adalah 10 : 100 (Tuti, 2006). Maka dalam penelitian ini dicampurkan sebanyak 10 mL TiCl₄ dan 100 mL etanol, ditambahkan 1 mL etilen glikol, kemudian larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada suhu kamar hingga larutan tercampur secara homogen. Pada larutan yang telah dicampurkan terjadi reaksi hidrolisis garam yang ditunjukkan pada Persamaan 1:



2.3 Sintesis Lapisan TiO₂

Untuk mendapatkan lapisan TiO₂ pada substrat kaca, substrat kaca dicelupkan ke dalam larutan yang telah disiapkan sebelumnya. Masing-masing sampel dicelupkan ke dalam larutan sambil ditarik dengan kecepatan 3 cm dalam waktu 5 menit, kemudian untuk sampel lainnya dilakukan hal yang sama dengan pengulangan 2 dan 3 kali pencelupan sehingga didapatkan variasi jumlah TiO₂ yang terbentuk pada substrat. Substrat yang telah terlapisi larutan TiO₂ kemudian masing-masing dipanaskan dalam oven dengan variasi suhu 100, 120, 150 dan 200°C selama 20 menit. Pemanasan sampel dibatasi pada suhu 200°C karena jika dipanaskan diatas suhu tersebut sampel akan menghitam.

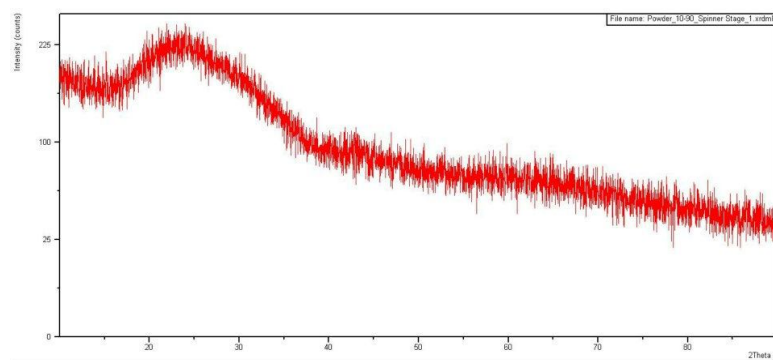
2.4 Karakterisasi Sampel

Untuk mengetahui jenis material yang terbentuk pada substrat dilakukan indentifikasi material menggunakan XRD, sehingga dapat diketahui apakah sudah benar-benar terbentuk lapisan TiO_2 pada substrat. Selanjutnya karakterisasi bentuk morfologi permukaan lapisan TiO_2 menggunakan SEM, kemudian nilai absorpsi dan transmisi cahaya yang melewati sampel dikarakterisasi dengan UV-Vis dan yang terakhir dilakukan uji sudut kontak untuk mengetahui tingkat hidrofobisitas lapisan TiO_2 dengan cara memotret tetesan air di atas sampel yang kemudian diukur sudut elevasi yang terbentuk antara air dengan permukaan sampel.

III. HASIL DAN DISKUSI

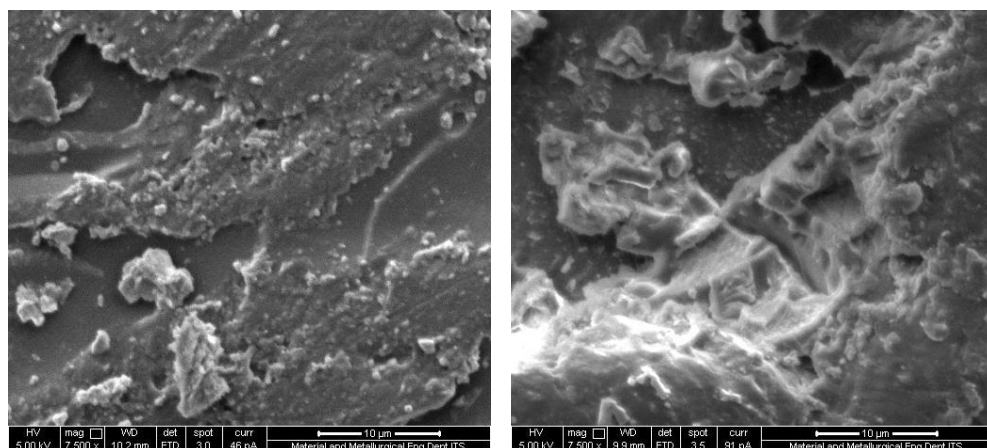
3.1 Hasil Karakterisasi XRD

Gambar 1 merupakan grafik hasil karakterisasi lapisan TiO_2 menggunakan *X-Ray Diffraktometer* (XRD) sampel yang dipanaskan pada suhu 200°C . Pola grafik XRD tidak menunjukkan adanya puncak difraksi suatu fasa kristal pada lapisan, hal ini dikarenakan fasa kristal TiO_2 terbentuk di atas suhu 400°C (Wilman, 2007). Berdasarkan hasil analisa XRD, puncak yang rendah dan cukup lebar menunjukkan bahwa lapisan TiO_2 yang terbentuk berfasa amorf. Dalam grafik XRD tersebut terdapat puncak dengan intensitas tinggi yaitu 265 yang berada dalam sudut $24,9$ pada 2θ . Dari analisis lampiran JCPDS puncak tersebut merupakan puncak TiO_2 dengan bidang hkl (101). Sesuai dengan tujuan karakterisasi, maka jenis material yang terbentuk pada substrat merupakan lapisan TiO_2 .



Gambar 1 Grafik XRD lapisan TiO_2 pada suhu pemanasan 200°C

3.2 Hasil Karakterisasi Scanning Electron Microscope



(a)

(b)

Gambar 2 Hasil foto SEM lapisan TiO_2 dengan jumlah pencelupan substrat (a) satu kali, (b) tiga kali

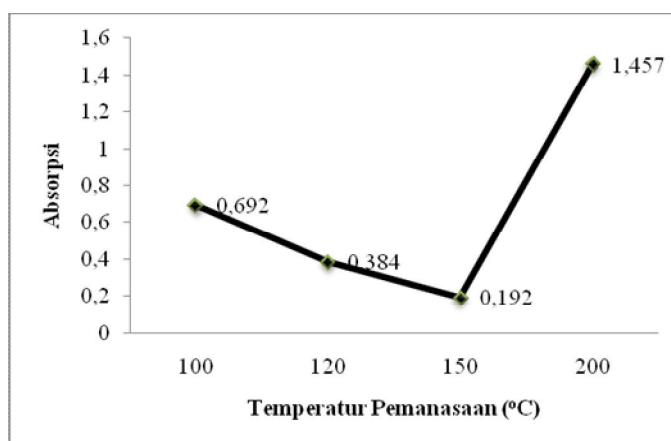
Hasil foto SEM pada Gambar 2 menunjukkan bentuk morfologi lapisan yang berbeda antara satu dengan lainnya. Sampel dengan satu kali pencelupan substrat seperti yang terlihat pada gambar 2(a) menghasilkan morfologi permukaan lapisan TiO_2 yang partikel-partikelnya tersebar hampir merata pada substrat. Sampel dengan tiga kali pencelupan pada gambar 2(b) menunjukkan morfologi permukaan lapisan TiO_2 dimana penyebaran partikel-partikelnya belum merata pada setiap bagian substrat yang terlihat adanya gumpalan partikel menumpuk tidak merata. Berbeda dengan gambar 2(a) dengan perbesaran foto yang sama dengan sampel 2(b) yaitu 7500 kali, sampel 2(a) terlihat lebih halus morfologi permukaan lapisannya.

Adanya perbedaan morfologi permukaan lapisan TiO_2 antara sampel 2(a) dan sampel 2(b) disebabkan oleh perlakuan jumlah pencelupan substrat pada masing-masing sampel. Pada proses *dip coating*, saat substrat ditarik perlahan dari larutan, terjadi penguapan sisa-sisa larutan yang menempel pada substrat, sehingga partikel-partikel titanium yang terkandung dalam larutan tersebut terdepositasi pada substrat. Untuk substrat yang langsung dipanaskan, lapisan TiO_2 terbentuk merata pada substrat, seperti yang dipaparkan pada Gambar 2(a).

Berbeda halnya dengan sampel yang dicelupkan kembali hingga tiga kali, partikel-partikel titanium yang awalnya telah terdepositasi pada substrat, ketika dicelupkan kembali maka deposisi partikel-partikel tersebut akan terganggu kembali, akibatnya terjadi tumpukan partikel titanium yang kurang merata pada substrat seperti pada Gambar 2(b). Merujuk pada penelitian yang telah dilakukan oleh Maulidya (2012), rata atau tidaknya penyebaran partikel TiO_2 pada permukaan material akan berpengaruh pada sifat hidrofobik permukaan material, semakin merata lapisan TiO_2 yang terbentuk, maka sifat hidrofobiknya semakin baik. Hasil karakterisasi SEM juga menunjukkan bahwa ukuran sudut kontak untuk sampel 2(b) lebih besar dibandingkan dengan sampel 2(a), hal ini berarti jumlah partikel TiO_2 yang terbentuk pada substrat juga mempengaruhi sifat hidrofobik material. Sampel yang dicelupkan tiga kali bersifat lebih hidrofobik karena jumlah TiO_2 yang terdepositasi lebih banyak dibandingkan dengan sampel yang dicelupkan satu kali.

3.3 Hasil Karakterisasi UV-Vis

Hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis setiap sampel menunjukkan nilai absorpsi yang bervariasi pada panjang gelombang yang berbeda-beda, yaitu sampel dengan variasi jumlah pencelupan yaitu 1 kali pencelupan, 2 kali pencelupan, dan 3 kali pencelupan, maupun dengan variasi suhu pemanasan yaitu 100°C , 120°C , 150°C , dan 200°C . Contoh grafik nilai absorpsi pada sampel dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3 Grafik absorpsi UV terhadap suhu pemanasan sampel dengan satu kali pencelupan

Dari hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, didapat nilai absorpsi maksimum yang berbeda-beda untuk setiap sampel, nilai transmisi cahaya pada material dicari menggunakan hukum Beer-Lambert, nilai absorpsi dan transmisi serta nilai panjang gelombang serapan masing-masing sampel disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1 Data absorpsi dan transmisi cahaya pada sampel lapisan TiO₂

Sampel	Jumlah Pencelupan	Suhu Pemanasan (°C)	Absorpsi Cahaya	Transmisi Cahaya	Panjang Gelombang (nm)
1	1	100	0,692	0,203	327,71
2		120	0,384	0,413	310,89
3		150	0,192	0,643	329,16
4		200	1,457	0,035	312,14
5	2	100	0,368	0,429	319,22
6		120	0,761	0,173	302,73
7		150	1,308	0,049	308,27
8		200	0,533	0,293	323,87
9	3	100	0,375	0,418	320,05
10		120	0,944	0,114	301,32
11		150	0,691	0,204	300,95
12		200	0,222	0,600	336,10

Dari data yang disajikan pada Tabel 1 terlihat bahwa peran TiO₂ bukan hanya memperkecil kontak air dengan material, tetapi juga berperan dalam penyerapan sebagian radiasi UV, sehingga radiasi UV tersebut tidak dilewatkan oleh material.

3.4 Hasil Karakterisasi Sudut Kontak Air dengan Permukaan Material

Besarnya sudut elevasi (kontak) yang terbentuk antara air dengan permukaan lapisan TiO₂ dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Data sudut kontak air dengan permukaan lapisan TiO₂

Sampel	Jumlah Pencelupan	Suhu Pemanasan (°C)	Sudut Kontak (θ)
1	1	100	80
2		120	91
3		150	89
4		200	92
5	2	100	90
6		120	89
7		150	90
8		200	100
9	3	100	95
10		120	91
11		150	93
12		200	107

Dari Tabel 2 terlihat bahwa ukuran sudut kontak secara umum sudah bersifat hidrofobik dimana tetesan air pada sampel sudah membentuk sudut kontak di atas 90°. Untuk sampel-sampel dengan satu kali pencelupan, besarnya sudut kontak meningkat seiring dengan naiknya suhu pemanasan. Dari penelitian yang dilakukan oleh Maulidya (2012), suhu pemanasan sampel mempengaruhi ukuran sudut kontak. Hal ini disebabkan karena perlakuan suhu akan mempengaruhi bentuk morfologi lapisan yang dihasilkan, semakin tinggi suhu pemanasan maka bentuk morfologi permukaan lapisan akan semakin baik.

Ukuran sudut kontak pada sampel dengan dua kali dan tiga kali pencelupan substrat juga cenderung naik setiap penambahan suhu pemanasan. Sudut kontak terbesar didapat sebesar 107°, yaitu sudut kontak pada sampel dengan tiga kali pencelupan yang dipanaskan pada suhu

200°C. Ukuran sudut kontak sampel dengan tiga kali pencelupan cenderung lebih besar dibandingkan dengan sampel yang dicelupkan dua kali, hal ini diakibatkan karena semakin banyak jumlah pencelupan, maka jumlah partikel TiO_2 yang terdepositasi juga bertambah. Peran TiO_2 adalah menahan cairan pada permukaan sehingga memperkecil area kontak material dengan cairan sehingga jumlah TiO_2 yang terdepositasi mempengaruhi sifat hidrofobik material (Nadhilla 2011).

Apabila dilihat hasil SEM pada Gambar 2, pada substrat dengan tiga kali pencelupan didapat lapisan TiO_2 yang konsentrasinya lebih besar dibandingkan dengan substrat yang dicelupkan satu kali, sehingga pada sampel dengan tiga kali pencelupan tersebut didapat ukuran sudut kontak yang lebih besar dibandingkan sampel-sampel lainnya. Sifat fisik permukaan akan mempengaruhi sifat hidrofobik material, bahan yang dilapisi oleh material berukuran nano dapat bersifat hidrofobik bahkan superhidrofobik, hal ini karena material berukuran nano mempunyai luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan material berukuran bulk (Mikrajuddin, 2009).

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa pencelupan substrat sebanyak satu kali menghasilkan morfologi lapisan TiO_2 yang lebih merata dibandingkan dengan tiga kali pencelupan, karena pencelupan ulang dapat merusak lapisan TiO_2 yang telah terdepositasi sebelumnya. Lapisan TiO_2 yang terdepositasi pada substrat dengan suhu pemanasan 200°C berfasa amorf. Sebagian cahaya pada rentang panjang gelombang sinar UV diabsorpsi oleh sampel yang dilapisi TiO_2 . Lapisan TiO_2 yang terdepositasi pada substrat kaca sudah bersifat hidrofobik ditandai dengan ukuran sudut kontak melebihi 90°, semakin banyak jumlah TiO_2 yang melapisi substrat, maka ukuran sudut kontak semakin besar.

DAFTAR PUSTAKA

- Ambarwati dan Vicky, S., 2010, Pelapisan Hidrofobik pada Kaca dengan Metode Sol-Gel Berbasis Water Glass, *slide presentasi hasil penelitian*, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Fitria R, Sayekti W dan Pamularsih A.W., 2009, *Synthesys of Thin Film TiO_2 on Graphite Substrate by Chemical Bath Deposition*, Departemen Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret, Semarang.
- Maulidya, D., 2012, Pengaruh Temperatur Terhadap Morfologi Lapisan Hidrofobik TiO_2 pada Substrat Kaca yang Ditumbuhkan dengan Metode Dip Coating, *Skripsi S-1 Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Medan*, Medan.
- Mikrajuddin, A., 2009, *Pengantar Nanosains*, ITB, Bandung.
- Nadhila, A.Z., 2011, Dudukan Toilet Swa-bersih dan Bebas Bakteri, <http://www.kompasiana.com>, diakses Maret 2012.
- Tuti S.S, Amalia I.S, Sulistioso G.S dan Wisnu A.A., 2006, Sintesis Lapisan Tipis TiO_2 dan Analisis Sifat Fotokatalisnya, *Jurnal Sains Material Indonesia*, Departemen Kimia FMIPA IPB, Bogor.
- Wilman S, Dimas F dan Mega A., 2007, Pembuatan Prototipe Solar Cell Murah dengan Bahan Organik-Inorganik (DSSC), *Laporan Penelitian Bidang Energi*, ITB, Bandung.